

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際公開

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2004 年 4 月 22 日 (22.04.2004)

PCT

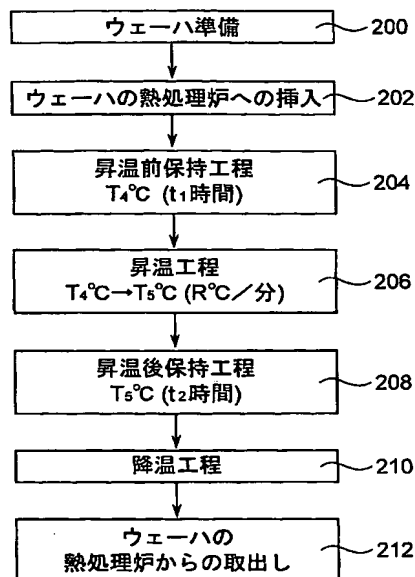
(10) 国際公開番号
WO 2004/034457 A1

- (51) 国際特許分類⁷: H01L 21/322, C30B 29/06
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2003/012396
- (22) 国際出願日: 2003 年 9 月 29 日 (29.09.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2002-294713 2002 年 10 月 8 日 (08.10.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.) [JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内一丁目 4 番 2 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 竹野 博 (TAKENO, Hiroshi) [JP/JP]; 〒379-0196 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3-1 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gunma (JP). 櫻田 昌弘 (SAKURADA, Masahiro) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 小林 武史 (KOBAYASHI, Takeshi) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 石原 詔二 (ISHIHARA, Shoji); 〒170-0013 東京都豊島区東池袋 3 丁目 7 番 8 号 若井ビル 3 0 2 号 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): CN, KR, US.

[続葉有]

(54) Title: ANNEALED WAFER AND ANNEALED WAFER MANUFACTURING METHOD

(54) 発明の名称: アニールウェーハおよびアニールウェーハの製造方法



- 200...PREPARE WAFER
- 202...PLACE WAFER IN HEAT-TREATMENT FURNACE
- 204...TEMPERATURE-INCREASE PRE-HOLDING STEP T₄°C (FOR TIME t₁)
- 206...TEMPERATURE INCREASE STEP T₄°C→T₅°C (R°C/MIN)
- 208...TEMPERATURE INCREASE POST-HOLDING STEP T₅°C (FOR TIME t₂)
- 210...TEMPERATURE DECREASE STEP
- 212...TAKE WAFER OUT OF HEAT-TREATMENT FURNACE

(57) Abstract: An annealed wafer having an excellent oxide film dielectric strength characteristic of the wafer surface to serve as a device fabricating region, having a high density of oxygen precipitate in the bulk layer before the wafer is put into the device process, and having an excellent IG capability, and an annealed wafer manufacturing method are disclosed. The annealed wafer is manufactured by heat-treating a silicon wafer formed of a single crystal grown by the Czochralski method. The percentage defective of the oxide film dielectric strength in the region extending from the surface of the wafer to a depth of 5 μm is 95% or more. The density of oxygen precipitate of size having a gettering capability measured in the wafer is 1×10⁹/cm³ or more at the stage before the wafer is put into the device process.

(57) 要約: 本発明は、デバイス作製領域であるウェーハ表面の酸化膜耐圧特性が優れており、且つ、バルク層にデバイスプロセス投入前の段階で酸素析出物が高密度に存在し、優れた I G 能力を有するアニールウェーハ及びアニールウェーハの製造方法を提供する。本発明は、チヨクラスキー法により育成されたシリコン単結晶から製造されたシリコンウェーハに熱処理を施したアニールウェーハであって、ウェーハ表面から少なくとも深さ 5 μm までの領域における酸化膜耐圧特性の良品率が 95% 以上であり、且つ、デバイスプロセス投入前の段階で、ウェーハ内部において検出されるゲッタリング能力を有するサイズ以上の酸素析出物の密度が 1×10⁹/cm³ 以上であるようにした。



(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:

— 国際調査報告書

明 細 書

アニールウェーハおよびアニールウェーハの製造方法

5 技術分野

本発明は、優れた酸化膜耐圧特性を有するウェーハ表層と、優れたゲッタリング能力を有するバルク層を兼ね備えたアニールウェーハ及びアニールウェーハの製造方法に関する。

10 背景技術

近年は、半導体回路の高集積化に伴う素子の微細化に伴い、その基板となるチョクラルスキー法（以下、CZ法と略記する）で作製されたシリコン単結晶に対する品質要求が高まってきている。特に、FPD、LSTD、COP等のグロウンイン（Grown-in）欠陥と呼ばれる酸化膜耐圧特性やデバイスの特性を悪化させる、単結晶成長起因の欠陥が存在しその密度とサイズの低減が重要視されている。

これらの欠陥を説明するに当たって、まず、シリコン単結晶に取り込まれるベイカンシイ（Vacancy、以下Vと略記することがある）と呼ばれる空孔型の点欠陥と、インタースティシアルーシリコン（Interstitial-Si、以下Iと略記することがある）と呼ばれる格子間型シリコン点欠陥のそれぞれの取り込まれる濃度を決定する因子について、一般的に知られていることを説明する。

シリコン単結晶において、V領域とは、Vacancy、つまりシリコン原子の不足から発生する凹部、穴のようなものが多い領域であり、I領域とは、シリコン原子が余分に存在することにより発生する転位や余分なシリコン原子の塊が多い領域のことであり、そしてV領域とI領域の間

には、原子の不足や余分が無い（少ない）ニュートラル（Neutral、以下Nと略記することがある）領域が存在していることになる。そして、前記グローンイン欠陥（FPD、LSTD、COP等）というのは、あくまでもVやIが過飽和な状態の時に発生するものであり、多少の原子の偏りがあっても、飽和以下であれば、欠陥としては存在しないことが判ってきた。

この両点欠陥の濃度は、CZ法における結晶の引上げ速度（成長速度）と結晶中の固液界面近傍の温度勾配Gとの関係から決まり、V領域とI領域との境界近辺にはOSF（酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault）と呼ばれる欠陥が、結晶成長軸に対する垂直方向の断面で見た時に、リング状に分布（以下、OSFリングということがある）していることが確認されている。

これら結晶成長起因の欠陥は、通常の結晶中固液界面近傍の温度勾配Gが大きい炉内構造（ホットゾーン：HZということがある）を使用したCZ引上げ機で結晶軸方向に成長速度を高速から低速に変化させた場合、図9に示したような欠陥分布図として得られる。

そしてこれら結晶成長起因の欠陥を分類すると、例えば成長速度が0.6 mm/min前後以上と比較的高速の場合には、空孔タイプの点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD、LSTD、COP等のグローンイン欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV領域と呼ばれている（図9のライン（A））。

また、成長速度が0.6 mm/min以下の場合には、成長速度の低下に伴い、OSFリングが結晶の周辺から発生し、このリングの外側に転位ループ起因と考えられているL/D（Large Dislocation：格子間型転位ループの略号、LSEPD、LFPD等）の欠陥が低密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はI領域（L/D領域ということがある）と

呼ばれている。さらに、成長速度を 0.4 mm/min 前後以下と低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に凝集して消滅し、全面がI領域となる（図9のライン（C））。

また、近年V領域とI領域の間でOSFリングの外側に、N領域と呼ばれる、空孔起因のFPD、LSTD、COPも、転位ループ起因のLSEPD、LFPDも存在しない領域の存在が発見されている。この領域はOSFリングの外側にあり、そして、酸素析出熱処理を施し、X-ray観察等で析出のコントラストを確認した場合に、酸素析出がほとんどなく、かつ、LSEPD、LFPDが形成されるほどリッチではないI領域側であると報告されている。

これらのN領域は、通常の方法では、成長速度を下げた時に成長軸方向に対して斜めに存在するため、ウェーハ面内では一部分にしか存在しなかった（図9のライン（B））。このN領域について、ボロンコフ理論（V. V. Voronkov; Journal of Crystal Growth, 59 (1982) 625～643）では、引上げ速度（F）と結晶固液界面軸方向温度勾配（G）の比である F/G というパラメータが点欠陥のトータルな濃度を決定すると唱えている。このことから考えると、面内で引上げ速度は一定のはずであるから、面内でGが分布を持つために、例えば、ある引上げ速度では中心がV領域でN領域を挟んで周辺でI領域となるような結晶しか得られなかった。

そこで最近、面内のGの分布を改良して、この斜めでしか存在しなかったN領域を、例えば、引上げ速度Fを徐々に下げながら引上げた時に、ある引上げ速度でN領域が横全面に広がった結晶が製造できるようになった。また、この全面N領域の結晶を長さ方向へ拡大するには、このN領域が横に広がった時の引上げ速度を維持して引上げればある程度達成できる。また、結晶が成長するに従ってGが変化することを考慮し、そ

れを補正して、あくまでもF/Gが一定になるように、引上げ速度を調節すれば、それなりに成長方向にも、全面N領域となる結晶が拡大できるようになった（例えば、特開平8-330316号公報）。

このN領域をさらに分類すると、OSFリングの外側に隣接するN_v領域（空孔の多い領域）とI領域に隣接するN_i領域（格子間シリコンが多い領域）とがあり、N_v領域では、熱酸化処理した際に酸素析出量が多く、N_i領域では酸素析出が殆ど無いことがわかっている（例えば、特開2001-139396号公報）。

ところが上記のように、全面N領域であり、熱酸化処理した際にOSFリングを発生せず、かつ全面にFPD、L/Dが存在しない単結晶であるにもかかわらず酸化膜欠陥が著しく発生する場合があることがわかった。そして、これが酸化膜耐圧特性のような電気特性を劣化させる原因となっており、従来の全面がN領域であるというだけでは不十分であり、さらなる改善が望まれていた。

そこで本発明者らの一部は、Cuデポジション法によりN領域についてさらに詳細に調査したところ、OSF領域の外側のN領域であって、析出熱処理後酸素析出が発生し易いN_v領域の一部にCuデポジション処理で検出される欠陥が著しく発生する領域D_nがあることを発見し（図10）、そして、これが酸化膜耐圧特性のような電気特性を劣化させる原因となっていることをつきとめ、既に教示してある（特開2002-201093号公報）。

そこで、このOSFの外側のN領域であって、Cuデポジションにより検出される欠陥領域D_nのない領域をウェーハ全面に広げることができれば、前記種々のグロウンイン欠陥がないとともに、確実に酸化膜耐圧特性等を向上することができるウェーハが得られることになる。

Cuデポジション法は、半導体ウェーハの欠陥の位置を正確に測定し、

半導体ウェーハの欠陥に対する検出限度を向上させ、より微細な欠陥に対しても正確に測定し、分析できるウェーハの評価法である。

具体的なウェーハの評価方法は、ウェーハ表面上に所定の厚さの絶縁膜を形成させ、前記ウェーハの表面近くに形成された欠陥部位上の絶縁膜を破壊して欠陥部位にCu等の電解物質を析出（デポジション）するものである。つまり、Cuデポジション法は、Cuイオンが溶存する液体の中で、ウェーハ表面に形成した酸化膜に電位を印加すると、酸化膜が劣化している部位に電流が流れ、CuイオンがCuとなって析出することを利用した評価法である。酸化膜が劣化し易い部分にはCOP等の欠陥が存在していることが知られている。

Cuデポジションされたウェーハの欠陥部位は、集光灯下や直接的に肉眼で分析してその分布や密度を評価することができ、さらに顕微鏡観察、透過電子顕微鏡（TEM）または走査電子顕微鏡（SEM）等でも確認することができる。

以下、各用語について解説する。

1) FPD (Flow Pattern Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウェーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、 $K_2Cr_2O_7$ と弗酸と水の混合液で表面をエッチング（Secco エッチング）することによりピットおよびさざ波模様（流れ模様：Flow Pattern）が生じる。この流れ模様をFPDと称し、ウェーハ面内のFPD密度が高いほど酸化膜耐圧の不良が増える（特開平4-192345号公報参照）。

2) SEPD (Secco Etch Pit Defect) とは、FPDと同一のSeccoエッチングを施した時に、流れ模様を伴うものをFPDと呼び、流れ模様を伴わないものをSEPDと呼ぶ。この中で $10\mu m$ 以上の大きいSEPD (LSEPD) は転位クラスターに起因すると考えられ、デバイス

に転位クラスターが存在する場合、この転位を通じて電流がリークし、P-Nジャンクションとしての機能を果たさなくなる。

3) L S T D (Laser Scattering Tomography Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウェーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、ウェーハを劈開する。この劈開面（またはウェーハ表面）より赤外光を入射し、ウェーハ表面（または劈開面）から出た光を検出することでウェーハ内に存在する欠陥による散乱光を検出することができる。ここで観察される散乱体については学会等ですでに報告があり、酸素析出物とみなされている (Japanese Journal of Applied Physics Vol.32, p.3679, 1993 参照)。また、最近の研究では、八面体のボイド（穴）であるという結果も報告されている。

4) C O P (Crystal Originated Particle) とは、ウェーハの中心部の酸化膜耐圧を劣化させる原因となる欠陥で、Secco エッチでは F P D になる欠陥が、S C - 1 洗浄 ($\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1 : 10$ の混合液による洗浄) では選択エッチング液として働き、C O P になる。このピットの直径は $1 \mu\text{m}$ 以下で光散乱法で調べる。

5) L / D (Large Dislocation : 格子間型転位ループの略号) には、L S E P D、L F P D 等があり、転位ループ起因と考えられている欠陥である。L S E P D は、上記したように S E P D の中でも $10 \mu\text{m}$ 以上の大きいものをいう。また、L F P D は、上記した F P D の中でも先端ピットの大きさが $10 \mu\text{m}$ 以上の大きいものをいい、こちらも転位ループ起因と考えられている。

一方、C Z 法により育成されたシリコン単結晶中には、およそ $10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ の濃度で格子間酸素が不純物として含まれる。この格子間酸素は、結晶育成工程中の固化してから室温まで冷却されるまでの熱履歴（以下、結晶熱履歴と略すことがある。）や半導体素子の作製

工程における熱処理工程において過飽和状態となるために析出して、シリコン酸化物の析出物（以下、酸素析出物または単に析出物と呼ぶことがある。）が形成される。

5 その酸素析出物は、デバイスプロセスにおいて混入する重金属不純物を捕獲するサイトとして有効に働き（Internal Gettering：I G）、デバイス特性や歩留まりを向上させる。このことから、シリコンウェーハの品質の1つとして、I G能力が重要視されている。

10 酸素析出の過程は、析出核形成とその成長の過程から成る。通常のAs-grown ウェーハの場合、結晶熱履歴において核形成が進行し、その後のデバイスプロセス等の熱処理により大きく成長し、酸素析出物として検出されるようになる。従って、デバイスプロセス投入前の段階で存在している酸素析出物は極めて小さく、I G能力を持たない。しかし、デバイスプロセスを経ることにより、大きな酸素析出物に成長してI G能力を有するようになる。

15 一方、近年のデバイスプロセスは使用するウェーハの大口径化に伴い、低温化短時間化が進行しており、例えば、一連のデバイスプロセスが全て1000℃以下で行われたり、数十秒程度の熱処理時間しか必要としないRTP（Rapid Thermal Processing）が頻繁に用いられるようになってきている。このようなデバイスプロセスは、全ての熱処理をトータルしても1000℃、2時間程度の熱処理にしか相当しない場合があるため、従来のように、デバイスプロセス中での酸素析出物の成長が期待できない。そのようなことから、低温化短時間化されたデバイスプロセスに対しては、デバイスプロセス投入前の段階で優れたI G能力を有することが必要である。すなわち、デバイスプロセス投入前の段階で検出可能な大きな酸素析出物が高密度で形成されていることが望ましい。

20 25

一方、酸素析出物がウェーハ表面近傍のデバイス作製領域に存在する

と、デバイス特性を劣化させる。そのことから、ウェーハ表面近傍には酸素析出物が存在しないことが望ましい。

また、一般的なCZウェーハでは、結晶引上げ時の熱履歴により導入される、いわゆる Grown-in 欠陥として、Grown-in 酸素析出核の他に、
5 原子空孔の凝集により形成されたボイド（空洞）欠陥が存在する。このボイドが鏡面研磨されたウェーハの表面に露出した場合は、COPと呼ばれる表面ピットとなる。このCOP及びボイドもデバイス作製領域に存在すると、デバイス特性を劣化させる。特に、重要な特性である酸化膜耐圧特性を劣化させることが知られている。そのことから、ウェーハ
10 表層のデバイス作製領域（通常は表面から数 μm 程度）には、酸素析出物と同様に、COP及びボイドも存在しないことが望ましい。

ウェーハ表層のCOP及びボイドを消滅させるために、水素あるいはアルゴンなどの不活性雰囲気下で1200℃程度の高温熱処理を施す場合がある。また、このような場合もIG能力が付加されることが好まし
15 い。そこで、COP及び表面近傍のボイドを消滅させることと、内部に酸素析出物を形成することを同時に実現する方法として、結晶育成時に窒素を添加する方法がある（例えば、特開平11-322490号公報、特開平11-322491号公報、特開2000-211995号公報など）。

20 窒素が添加されたウェーハでは、ボイドのサイズが小さくなることによりウェーハ表面近傍では高温熱処理で消滅しやすくなり、また、結晶熱履歴で形成される Grown-in 析出核が大きくなることによりパルク中では高温熱処理においても消滅せずに成長して酸素析出物が形成され、IG能力が付加される。

25 しかし、窒素が添加されたウェーハを用いた場合でも、表層のボイドを消滅させるためには、1200℃程度の高温の熱処理が必要であり、

場合によっては、検出できない程度の小さなボイドが残存する恐れがある。また、大きな Grown-in 析出核は、熱的に安定なためにウェーハ表層でも消滅しにくく、表層に残留する恐れがある。これらの欠陥が表層に残留すると、デバイス特性が劣化する問題が生ずる。

- 5 さらに、結晶育成時に窒素を添加する場合は、結晶製造工程が複雑になると共に、窒素濃度の管理などに手間がかかることになる。

発明の開示

- 10 本発明は、上記問題点に鑑みなされたものであり、デバイス作製領域であるウェーハ表層の酸化膜耐圧特性が優れており、且つ、バルク層にデバイスプロセス投入前の段階で酸素析出物が高密度に存在し、優れた I G 能力を有するアニールウェーハ及びアニールウェーハの製造方法を提供することを目的とする。

- 15 上記課題を解決するために、本発明のアニールウェーハは、チョクラルスキー法により育成されたシリコン単結晶から製造されたシリコンウェーハに熱処理を施したアニールウェーハであって、ウェーハ表面から少なくとも深さ $5 \mu\text{m}$ までの領域における酸化膜耐圧特性の良品率が 95% 以上であり、且つ、デバイスプロセス投入前の段階で、ウェーハ内部において検出されるゲッタリング能力を有するサイズ以上の酸素析出物
20 の密度が $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以上であることを特徴とする。

ここで、本発明における酸化膜耐圧特性とは、TZDB (Time Zero Dielectric Breakdown) 特性のことであり、その良品率とは、判定電流値を $1 \text{ mA} / \text{cm}^2$ として、絶縁破壊電界が $8 \text{ MV} / \text{cm}$ 以上となるものの割合である。

- 25 このように、ウェーハ表面のみならず、ウェーハ表面から少なくとも深さ $5 \mu\text{m}$ までの深い領域まで酸化膜耐圧特性が優れた無欠陥層が形成

されているので、深い領域まで使用するデバイスにおいても、その特性を劣化させることがない。

ウェーハ表層の欠陥を検出する簡便な方法として、パーティクルカウンターや選択エッチング法がある。しかし、これらの方法により検出されない場合でも、検出下限以下の小さいサイズの欠陥が存在し、酸化膜耐圧特性を劣化させる場合がある。このことから、酸化膜耐圧特性が優れている特徴を有することは極めて重要である。良品率としては100%であることが好ましいのはもちろんである。

また、デバイスプロセス投入前の段階で、上記無欠陥層を除いたウェーハ内部において検出される酸素析出物の密度が $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以上であると、近年の低温化短時間化されたデバイスプロセスにおいても、酸素析出物がデバイスプロセスの初期段階からゲッタリングサイトとして働き、十分なゲッタリング能力を発揮できる。ウェーハの機械的強度を考慮すると酸素析出物の密度は $1 \times 10^{13} / \text{cm}^3$ 以下とすることが好ましい。

ここで、IG能力を有する酸素析出物のサイズは、実験的に検出可能な酸素析出物のサイズ（直径30～40nm程度）を目安にしている。一般的には、実験的に検出できないサイズの酸素析出物でもIG能力を有すると考えられているので、実験的に検出可能なサイズであれば十分なIG能力を有すると判断できる。従って、ゲッタリング能力を有するサイズとしては、直径約40nm以上であることが好ましい。そのような酸素析出物は、例えば、光散乱法の1つである赤外散乱トモグラフィにより検出可能である。

さらに、本発明のアニールウェーハの原料として熱処理が加えられるシリコンウェーハは、そのシリコンウェーハを製造するためのシリコン単結晶を育成する際に、ウェーハ全面が熱酸化処理をした際にリング状

に発生するOSFの外側のN領域であって、Cuデポジションにより検出される欠陥領域が存在しない条件で育成したシリコン単結晶から製造されたシリコンウェーハとすることが好ましい。

Cuデポジションでは、COPやボイドを高感度で検出できる。従って、Cuデポジションにより検出される欠陥領域が存在しないシリコンウェーハでは、ボイドが存在しないと判断して良い。そのようなCuデポジションにより検出される欠陥領域が存在しないシリコンウェーハに熱処理を施したアニールウェーハでは、Cuデポジションにより検出される欠陥が存在しない上にアニールが加えられているため、ウェーハ表面の酸化膜耐圧特性がより優れている。

さらに、本発明のアニールウェーハの原料として熱処理が加えられるシリコンウェーハは、そのシリコンウェーハを製造するためのシリコン単結晶を育成する際に、窒素を添加せずに育成されたシリコン単結晶から製造されたウェーハが好適に用いられる。

窒素が添加されていないことにより、熱的に安定な大きな Grown-in 析出核（例えば、直径40nm以上）が存在しないので、熱処理（アニール）後においてその Grown-in 析出核が表層に残留する恐れがなくなる。また、窒素を添加する必要がないので、結晶育成工程が複雑にならず、管理なども容易になるという利点がある。

さらに、本発明のアニールウェーハの原料となる熱処理が加えられるシリコンウェーハとしては、シリコン単結晶の育成の際にボイド欠陥の発生を抑制した条件で引上げられたシリコン単結晶から作製された、COP及びボイドがほとんど存在しない低欠陥ウェーハを用いることもできる。

ここで、上記低欠陥ウェーハは、例えば、特開平11-147786号公報及び特開平11-157996号公報などに記載されているよう

に、結晶の引上げ速度 F と引上げ結晶中の固液界面近傍の温度勾配 G との比 F/G を制御して引上げる公知技術を用いて得ることができる、全面 N 領域からなるシリコンウェーハのことである。

本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様は、チョクラルス
5 キー法によりシリコン単結晶を育成する場合において、引上げ中のシリ
コン単結晶の成長速度を漸減した場合、OSFリング消滅後に残存する
Cuデポジションにより検出される欠陥領域が消滅する境界の成長速度
と、さらに成長速度を漸減した場合に格子間型転移ループが発生する境
界の成長速度との間の成長速度に制御して結晶を育成することによって
10 得られたシリコン単結晶をシリコンウェーハに加工し、該シリコン単結
晶の育成工程で形成された Grown-in 析出核を有するシリコンウェーハ
に対し、 $500^{\circ}\text{C} \sim 700^{\circ}\text{C}$ の範囲内の温度 $T_4^{\circ}\text{C}$ で所定時間 t_1 保持し、
ついで $5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下の昇温速度で $1000^{\circ}\text{C} \sim 1230^{\circ}\text{C}$ の範囲内の温
度 $T_5^{\circ}\text{C}$ まで昇温し、この温度 $T_5^{\circ}\text{C}$ で所定時間 t_2 保持することにより、
15 前記 Grown-in 析出核を、ゲッタリング能力を有するサイズ以上の酸素
析出物に成長させるとともに、前記シリコンウェーハ表面近傍の酸素を
外方拡散させることを特徴とする。

このように、低温 ($T_4^{\circ}\text{C}$) から高温 ($T_5^{\circ}\text{C}$) まで $5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下の昇
温速度でゆっくりと昇温して高温で所定時間保持することにより、バル
ク中の Grown-in 析出核を消滅させることなく効率的にゲッタリング能
20 力を有するサイズ以上に成長させることができる。また、それと同時に
ウェーハ表面近傍の酸素を外方拡散させることにより、酸素析出核を消
滅させることができるので、ウェーハ表面近傍には酸素析出物のない D
Z 層が形成される。しかも、Cuデポジション法により検出される欠陥
25 も存在しない高品質の DZ 層となる。すなわち、本発明のアニールウェ
ーハの製造方法の第1の態様によれば、簡便な1ステップの熱処理のみ

で極めて高品質のDZ-I G構造を形成することができる。

ここで、前述の通りIG能力を有する酸素析出物のサイズは、実験的に検出可能な酸素析出物のサイズ（直径30nm～40nm程度）を目安にしている。従って、ゲッタリング能力を有するサイズとしては、直径約40nm以上とすることが好ましい。また、酸素析出物サイズの上
5 限は問わないが、大きく成長させるには熱処理時間が長くなるので直径100nm以下とすることが好ましい。

前記温度 T_5 ℃が約1000℃よりも低くなると、大きな酸素析出物に成長させるための時間が長くなり、全体の工程時間が長くなってしま
10 う。 T_5 ℃が高いほど大きな酸素析出物に成長させるための時間が短くなり、全体の工程時間を短くすることができるが、約1230℃を超える高温では熱処理炉からの金属汚染が顕著になるため、1230℃以下とすることが好ましい。

前記温度 T_4 ℃は低いほど析出物密度が高くなるが、工程時間が長
15 くなってしまいうので、約500℃以上とするのが好ましい。また、約700℃を越える温度であると析出物密度が十分に得られない場合がある。同様に、昇温速度 R ℃/分が低速であるほど析出物密度が高くなるが、あまり低速すぎると工程時間が長くなってしまいうので、約1℃/分以上とするのが好ましい。昇温速度 R ℃/分が約5℃/分を越える高速にな
20 るとGrown-in析出核が成長できず消滅してしまう割合が高くなり、析出物密度が十分に得られない場合がある。

前記 T_4 ℃から T_5 ℃への昇温速度 R ℃/分を5℃/分以下とすることにより、Grown-in析出核を極力消滅させることなく効率的に成長させることができる。すなわち、結晶育成工程で形成された既存のGrown-
25 in析出核を成長させるので、酸素析出核を新たに形成するための熱処理工程が無くても析出物密度を十分に高くすることができ、しかも、全

体の工程時間を短くすることができる。

また、本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様において、前記 $T_4^{\circ}\text{C}$ から $T_5^{\circ}\text{C}$ まで昇温する前に、 $T_4^{\circ}\text{C}$ における保持時間 t_1 は0分でも構わないが15分以上とすることがより好ましい。これにより、

5 Grown-in 析出核がより消滅しにくくなり、さらに Grown-in 析出核に加えて新たな酸素析出核を発生させることができ、より高密度の酸素析出核を形成することができる。また、保持時間 t_1 を長くすると工程時間が長くなってしまうことから、約60分以下とするのが好ましい。

なお、前記温度 $T_4^{\circ}\text{C}$ が低いほど、また $T_4^{\circ}\text{C}$ での保持時間 t_1 が長い

10 ほど、また昇温速度が遅いほど、昇温工程中に新たな析出核が形成され、析出物密度が高くなる。

前記温度 $T_5^{\circ}\text{C}$ での保持時間 t_2 は、Grown-in 析出核を、ゲッタリング能力を有するサイズに確実に成長させるため、また、十分な幅をもつDZ層を形成するため約30分以上であることが好ましい。保持時間 t_2 が長いほどバルク中の酸素析出物のサイズが大きくなり、表面近傍のDZ幅を広げることができるが、工程時間が長くなってしま

15 ことから、約4時間以下とするのが好ましく、約2時間以下とするのがより好ましい。一方、保持時間 t_2 が約30分より短くなると、時間の僅かなばらつきにより所望のサイズの酸素析出物やDZ幅が得られなくなる可能性

20 が生ずることになる。

本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様の効果を十分に得るためには、熱処理されるシリコンウェーハの酸素濃度が約14ppm以上であることが望ましい。酸素濃度が高ければ析出物密度が高くなり、より優れたIG能力を付加することができる。また、酸素濃度が高いほど析出物の成長速度が速くなるので、全体の工程時間が短くなる。

25 但し、酸素濃度が低い場合でも、たとえば昇温工程昇温開始温度 $T_4^{\circ}\text{C}$

を低くしたり、 $T_5^{\circ}\text{C}$ での保持時間を長くすることにより、本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様の効果が得られる。従って、本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様において酸素濃度の上限は問わないが、シリコン単結晶製造の容易性を考慮すると約23 ppm a以下が好ましい。好適な酸素濃度の範囲は14～17 ppm aである。

また、本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様によれば、デバイスプロセス中の熱応力によるスリップ転位の発生を抑制する効果が得られる。スリップを構成している転位は酸素析出物によりピンニング
10 グされることが知られている。従って、本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様により、ある程度の大きなサイズを有する酸素析出物が高密度で形成されれば、転位がピンニングされる確率が高くなりスリップ転位の発生が抑制される。すなわち、本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様は、熱処理によりスリップ転位の発生し易い直
15 径300 mm以上の大口径ウェーハに特に好適に用いることができる。スリップ転位の発生を抑制するためには前記温度 $T_5^{\circ}\text{C}$ を1200 $^{\circ}\text{C}$ 以下とすることが好ましく、約1150 $^{\circ}\text{C}$ 以下とするのがより好ましい。

さらに、本発明のアニールウェーハの製造方法の第1の態様によれば、1200 $^{\circ}\text{C}$ 程度の高温熱処理を施すことなしに、酸素析出物だけでなく
20 COP及びボイドがほとんど存在しない極めて高品質のDZ-I G構造を形成することができる。これは、スリップの発生を抑制するという観点から、今後の主流となる300 mmウェーハにおいて特に有効である。

本発明のアニールウェーハの製造方法の第2の態様は、チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成する場合において、引上げ中のシリ
25 コン単結晶の成長速度を漸減した場合、OSFリング消滅後に残存するCuデポジションにより検出される欠陥領域が消滅する境界の成長速度

と、さらに成長速度を漸減した場合に格子間型転移ループが発生する境界の成長速度との間の成長速度に制御して結晶を育成することによって得られたシリコン単結晶をシリコンウェーハに加工し、該シリコン単結晶の育成工程で形成された Grown-in 析出核を有するシリコンウェーハ

5 にゲッタリング能力を付加するため当該シリコンウェーハに熱処理を施すアニールウェーハの製造方法であって、前記 Grown-in 析出核を成長させる昇温工程 A_1 と、より高温の保持温度まで昇温する昇温工程 B_1 と、前記 Grown-in 析出核をゲッタリング能力を有するサイズ以上の酸素析出物に成長させるとともに、前記シリコンウェーハ表面近傍の酸素を外

10 方拡散させる等温保持工程 C_1 の少なくとも3つの工程を有することを特徴とする。上記昇温工程 A_1 と昇温工程 B_1 と等温保持工程 C_1 を工程順に連続して行うことが望ましい。

本発明のアニールウェーハの製造方法の第2の態様において、上記昇温工程 A_1 は T_6 ℃から T_7 ℃まで R_3 ℃/分の速度で昇温する工程であって、 T_6 ℃が700℃以下であり、 T_7 ℃が800℃～1000℃であり、 R_3 ℃/分が3℃/分以下であることが好適である。

15

T_6 ℃は低いほど成長可能な Grown-in 析出核の密度が高くなることにより析出物密度が高くなるが、Grown-in 析出核を成長させるのに必要な工程時間が長くなってしまうので、500℃以上とすることが好ましい。また、700℃を越える温度であると析出物密度が十分に得られない場合がある。

20

T_7 ℃が800℃未満であると前記昇温工程 A_1 において Grown-in 析出核が十分に成長できず、その後の昇温工程 B_1 で消滅する割合が高くなり、析出物密度が十分に得られない場合がある。 T_7 ℃が1000℃

25 を越える温度であると、表面近傍の Grown-in 析出核も大きく成長してしまい、その後の昇温工程 B_1 及び等温保持工程 C_1 を経ても表面近傍に

残存して、DZ層中の析出物密度が増加してしまう場合がある。

また、 R_3 °C/分が低速であるほど Grown-in 析出核が消滅せずに成長する割合が高くなることにより析出物密度が高くなるため、十分な析出物密度を得るためには 3°C/分以下が好ましいが、あまり低速すぎると工程時間が長くなってしまい効率的でなくなるので、0.5°C/分以上とすることが好ましい。

この昇温工程 A_1 により、Grown-in 析出核を極力消滅させることなく効率的に成長させることができる。すなわち、結晶育成工程で形成された既存の Grown-in 析出核を成長させるので、酸素析出核を新たに形成するための熱処理工程が無くても析出物密度を十分に高くすることができ、しかも、全体の工程時間を短くすることができる。

また、前記昇温工程 A_1 の T_6 °C から T_7 °C まで昇温する前に、 T_6 °C における保持時間 t_3 は 0 分でも構わないが、30 分以上とすることがより好ましい。これにより、Grown-in 析出核がより消滅しにくくなり、さらに Grown-in 析出核に加えて新たな酸素析出核を発生させることができ、より高密度の酸素析出核を形成することができる。また、保持時間 t_3 を長くすると工程時間が長くなってしまうことから、約 4 時間以下とするのが好ましい。

上記昇温工程 B_1 は T_7 °C から T_8 °C まで R_4 °C/分の速度で昇温する工程であって、 T_7 °C が 800°C ~ 1000°C であり、 T_8 °C が 1050°C ~ 1230°C であり、 R_4 °C/分が 5°C/分以上であることが好適である。この昇温工程 B_1 において、単時間で高温まで昇温することにより表面近傍における酸素析出物の成長を抑えることができ、その後の等温保持工程 C_1 において表面近傍の酸素析出物を消滅しやすくすることができる。

T_8 °C を 1050°C 以上とすることにより、効率的にバルク中の酸素

析出物を十分な大きさに成長させるとともに、表面近傍の酸素を外方拡散させることにより、表面近傍の酸素析出物を消滅させることができる。また、 $T_8^{\circ}\text{C}$ が高いほどバルク中の析出物が大きくなり、またDZ幅が広がるが、約1230 $^{\circ}\text{C}$ を超える高温では熱処理炉からの金属汚染が

5 顕著になるので1230 $^{\circ}\text{C}$ 以下とすることが好ましい。

$R_4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ が5 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 未満であると表面近傍の酸素析出物が大きく成長してしまい、その後の等温保持工程 C_1 において消滅しにくくなる。しかし、 $R_4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ が高速すぎるとバルク中の酸素析出物も消滅する割合が高くなり析出物密度が低下してしまうので、10 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下である

10 ことが望ましい。

前記等温保持工程 C_1 は $T_8^{\circ}\text{C}$ で t_4 時間保持する工程であって、 $T_8^{\circ}\text{C}$ が1050 $^{\circ}\text{C}$ ～1230 $^{\circ}\text{C}$ であり、 t_4 時間が30分以上であることが好ましい。この等温保持工程 C_1 により、その前の昇温工程 A_1 及び昇温工程 B_1 において成長した微小な酸素析出物を、バルク中ではIG能力

15 を有する大きな酸素析出物に成長させることができ、表面近傍では消滅させることができる。また、原料ウェーハにはCuデポジション法により検出される欠陥は存在しないので、熱処理後にも当然ながら存在しない。従って、無欠陥のDZ層と優れたIG能力を有するIG層を兼ね備えた高品質のDZ-I G構造を形成することができる。

前記 $T_8^{\circ}\text{C}$ での保持時間 t_4 が長いほどバルク中の酸素析出物のサイズが大きくなり、またDZ幅が広がるが、工程時間が長くなってしまうことから、約4時間以下とするのが好ましい。一方、保持時間 t_4 が約30分より短くなると、時間の僅かなばらつきにより所望のサイズの酸素析出物やDZ幅が得られなくなる可能性が生ずることになる。

さらに、保持温度 $T_8^{\circ}\text{C}$ や保持時間 t_4 を変えることにより、酸素析出物のサイズやDZ幅を容易に変えることができる。酸素析出物のサイズ

を大きくするほど I G 能力が高くなると考えられるが、工程時間が長くなる。従って、必要な酸素析出物のサイズや D Z 幅を効率的に得るために、酸素析出物のサイズや D Z 幅を容易に変えることができる効果も重要である。

- 5 昇温工程 A_1 と昇温工程 B_1 の間、及び昇温工程 B_1 と等温保持工程 C_1 の間においてウェーハを炉外に取り出すこともできるが、上記 3 工程を連続して行うことにより全体の工程時間を短縮することができる。

- 前記等温保持工程 C_1 の後、ウェーハを熱処理炉外に出す際の熱処理炉内温度やその温度までの降温速度は問わないが、熱応力によるスリッ
10 プが発生しないように決定することが望ましい。たとえば、熱処理炉内温度を $T_0^{\circ}\text{C}$ から 700°C まで $3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で降温した後、ウェーハを熱処理炉外に取り出すことができる。

- 本発明のアニールウェーハの製造方法の第 2 の態様の効果を十分に得るためには、熱処理されるシリコンウェーハの酸素濃度が約 14 ppm
15 $a \sim 17\text{ ppm}$ a であることが望ましい。酸素濃度が高ければ析出物密度が高くなり、より優れた I G 能力を付加することができるが、酸素濃度が高すぎると表面近傍の析出物が消滅しにくくなってしまう。また、酸素濃度が低くなるとシリコン単結晶の育成工程で形成される Grown-in 析出核の密度が低くなり、析出物密度が低くなってしまう。但し、
20 酸素濃度が低い場合でも、たとえば昇温工程 A_1 の昇温開始温度 $T_0^{\circ}\text{C}$ を低くしたり、 $R_3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ を低速にすることにより、本発明のアニールウェーハの製造方法の第 2 の態様の効果が得られる。

- また、本発明のアニールウェーハの製造方法の第 2 の態様によれば、デバイスプロセス中の熱応力によるスリップ転位の発生を抑制する効果
25 が得られる。スリップを構成している転位は酸素析出物によりピンニングされることが知られている。従って、本発明のアニールウェーハの製

造方法の第2の態様により、大きなサイズを有する酸素析出物が高密度で形成されれば、転位がピンニングされる確率が高くなりスリップ転位の発生が抑制される。すなわち、本発明のアニールウェーハの製造方法の第2の態様は、熱処理によりスリップ転位の発生し易い直径300 mm
5 m以上の大口径ウェーハに特に好適に用いることができる。

スリップ転位の発生を抑制するためには前記温度 T_0 °Cを1200°C以下とすることが好ましく、約1150°C以下とするのがより好ましい。

さらに、本発明のアニールウェーハの製造方法の第2の態様によれば、酸素析出物だけでなくCOP及びボイドがほとんど存在しない極めて高
10 品質のDIG構造を形成することができる。これは、スリップの発生を抑制するという観点から、今後の主流となる300 mmウェーハにおいて特に有効である。

このような熱処理を施すことにより、十分な深さの無欠陥層（ボイド欠陥フリーかつ酸素析出物フリー）を得ることができると同時に、Nv
15 領域はもちろん、酸素析出がしにくいとされるNi領域においても、上記熱処理後に特別な熱処理を追加することなく（すなわち、デバイスプロセス投入前の段階で）、ウェーハ内部において検出されるゲッターリング能力を有するサイズ以上の酸素析出物を十分に得ることができる。

本発明方法において用いられるシリコンウェーハは、前記した特開2
20 002-201093号公報に開示された単結晶育成方法のうちの一つの方法、即ちチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成する場合において、引上げ中のシリコン単結晶の成長速度を漸減した場合、OSFリング消滅後に残存するCuデポジションにより検出される欠陥領域が消滅する境界の成長速度と、さらに成長速度を漸減した場合に格子間
25 型転移ループが発生する境界の成長速度との間の成長速度に制御して結晶を育成することによって得られたシリコン単結晶をシリコンウェーハ

に加工することによって得られるものである。

この方法により育成された単結晶棒から切り出されたウェーハは、ウェーハ全面が、熱酸化処理をした際にリング状に発生するOSFの外側のN領域であって、Cuデポジションにより検出される欠陥領域が全く存在しない無欠陥シリコン単結晶ウェーハとなる。

図面の簡単な説明

図1は、本発明のシリコンウェーハの製造方法の第1の態様の工程順の一例を示すフローチャートである。

10 図2は、図1の工程順の要部を模式的に示す説明図である。

図3は、本発明のシリコンウェーハの製造方法の第2の態様の工程順の一例を示すフローチャートである。

図4は、図3の工程順の要部を模式的に示す説明図である。

15 図5は、本発明方法における単結晶引上げ工程において用いられる単結晶引上げ装置の1例を示す概略説明図である。

図6は、本発明方法における単結晶引上げ工程において用いられる単結晶引上げ装置の他の例を示す概略説明図である。

図7は、実施例1におけるアニールウェーハの表面からの深さとTZDB良品率の関係を示すグラフである。

20 図8は、比較例1におけるアニールウェーハの表面からの深さとTZDB良品率の関係を示すグラフである。

図9は、単結晶成長速度と結晶欠陥分布の関係の1例を表す説明図である。

25 図10は、単結晶成長速度と結晶欠陥分布の関係の他の例を表す説明図である。

発明を実施するための最良の形態

以下に本発明の実施の形態を図面に基づいて詳細に説明するが、図示例は例示的に示されるもので、本発明の技術思想から逸脱しない限り種々の変形が可能であることはいうまでもない。

- 5 本発明のアニールウェーハは、チョクラルスキー法により育成されたシリコン単結晶から製造されたシリコンウェーハに熱処理を施したアニールウェーハであって、ウェーハ表面から少なくとも深さ $5\mu\text{m}$ までの領域における酸化膜耐圧特性の良品率が 95% 以上であり、且つ、デバイスプロセス投入前の段階で、ウェーハ内部において検出されるゲッタ
- 10 リング能力を有するサイズ以上の酸素析出物の密度が $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以上であるものである。

- 上記シリコンウェーハとしては、上記シリコン単結晶を育成する際に、ウェーハ全面が熱酸化処理をした際にリング状に発生する OSF の外側の N 領域であって Cu デポジションにより検出される欠陥領域が存在し
- 15 ない条件で育成されたシリコン単結晶から製造されたものが好適に用いられる。このシリコンウェーハは後述する本発明方法において用いられる単結晶育成方法によって製造可能である。

- また、上記シリコンウェーハとしては、シリコン単結晶の育成の際にボイドの発生を抑制した条件で引上げられたシリコン単結晶から作製された、 COP 及びボイドがほとんど存在しない低欠陥ウェーハ（すなわち、全面が N 領域からなるウェーハ）を用いることもできる。この低欠陥ウェーハは、たとえば、特開平 $11-147786$ 号公報及び特開平 $11-157996$ 号公報等に記載されているように、結晶の引上げ速度 F と引上げ結晶中の固液界面近傍の温度勾配 G との比 F/G を制御し
- 20 て引上げる公知技術を用いて得ることができる。

次いで、本発明のアニールウェーハの製造方法について説明する。図

1 は本発明のアニールウェーハの製造方法の第 1 の態様の工程順の一例を示すフローチャート及び図 2 は図 1 の工程順の要部を模式的に示す説明図である。図 1 に示したように、まず熱処理を施す対象となる Grown-in 析出核を有するウェーハを準備する（ステップ 200）。

- 5 前記ウェーハは、ウェーハ全面が熱酸化処理をした際に O S F がリング状に発生する領域の外側の N 領域であって、C u デポジションにより検出される欠陥領域が存在しないウェーハであることが好適である。つまり、チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成する場合において、引上げ中のシリコン単結晶の成長速度を漸減した場合、O S F リン
- 10 グ消滅後に残存する C u デポジションにより検出される欠陥領域が消滅する境界の成長速度と、さらに成長速度を漸減した場合に格子間転移ループが発生する境界の成長速度との間の成長速度に制御して結晶を育成することによって得られたシリコン単結晶をシリコンウェーハに加工したものが用いられる。
- 15 上記したシリコン単結晶を引上げるための装置の構成例を図 5 及び図 6 によって説明する。図 5 に示すように、この単結晶引上げ装置 30 は、引上げ室 31 と、引上げ室 31 中に設けられたルツボ 32 と、ルツボ 32 の周囲に配置されたヒータ 34 と、ルツボ 32 を回転させるルツボ保持軸 33 及びその回転機構（図示せず）と、シリコンの種結晶を保持す
- 20 るシードチャック 6 と、シードチャック 6 を引上げるワイヤ 7 と、ワイヤ 7 を回転又は巻き取る巻取機構（図示せず）を備えて構成されている。ルツボ 32 は、その内側のシリコン融液（湯）2 を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ 34 の外側周囲には断熱材 35 が配置されている。
- 25 また、上記単結晶育成方法についての育成条件を設定するために、環状の黒鉛筒（遮熱板）9 を設けている。また、図 6 に示したものは、結

晶の固液界面 4 の外周に環状の外側断熱材 10 を設けている。この外側断熱材 10 は、その下端とシリコン融液 2 の湯面 3 との間に 2 ~ 20 cm の間隔を設けて設置されている。さらに、冷却ガスを吹き付けたり、輻射熱を遮って単結晶を冷却する筒状の冷却装置を設けることもある。

- 5 別に、最近では引上げ室 31 の水平方向の外側に、図示しない磁石を設置し、シリコン融液 2 に水平方向あるいは垂直方向等の磁場を印加することによって、融液の対流を抑制し、単結晶の安定成長をはかる、いわゆる MCZ 法が用いられることも多い。なお、図 5 及び図 6 において、4 はシリコン単結晶とシリコン融液の境界を示す固液界面である。

- 10 次に、上記の単結晶引上げ装置 30 による単結晶育成方法について説明する。まず、ルツボ 32 内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約 1420℃）以上に加熱して融解する。次に、ワイヤ 7 を巻き出すことにより融液 2 の表面略中心部に種結晶の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ保持軸 33 を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤ 7
- 15 を回転させながら巻き取り種結晶を引上げるにより、単結晶育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒 1 を得ることができる。

- この場合、特に重要であるのは、図 5 又は図 6 に示したように、引上げ室 31 の湯面上の単結晶棒 1 中の液状部分の外周空間において、湯面
- 20 近傍の結晶の融点から 1400℃までの温度域が制御できるように環状の黒鉛筒（遮熱板）9 や外側断熱材 10 を設けたことである。

- すなわち、この炉内温度を制御するために、例えば図 6 に示したように、引上げ室 31 内に外側断熱材 10 を設け、この下端と融液表面との間隔を 2 ~ 20 cm に設定すればよい。こうすれば、結晶中心部分の温度勾配 G_c [℃/cm] と結晶周辺部分の温度勾配 G_e との差が小さく
- 25 なり、例えば結晶周辺の温度勾配の方が結晶中心より低くなるように炉

内温度を制御することもできる。この外側断熱材 10 は黒鉛筒 12 の外側にあり、黒鉛筒 12 の内側にも断熱筒 11 を設けている。また、黒鉛筒 12 の上は金属筒 13 につながり、その上には冷却筒 14 があって冷却媒体を流して強制冷却している。

- 5 このようにして得られたシリコン単結晶をスライスして得られるシリコン単結晶ウェーハは、ウェーハに熱酸化処理をした際に、リング状に発生する O S F の外側の N 領域であって、C u デポジションにより検出される欠陥領域が存在しない無欠陥ウェーハである。そのようなウェーハであれば、熱処理後ウェーハ表層の酸化膜耐圧特性がより良好となる。
- 10 また、前記ウェーハは、結晶育成工程において窒素が添加されていないことが好ましい。このことにより、熱処理後ウェーハ表層に酸素析出物が残存する可能性が低くなり、また、窒素を添加する必要がないので、結晶製造工程が複雑にならず、管理なども容易になる。

- 15 上述した方法によって製造されたウェーハを熱処理炉に挿入する（ステップ 202）。この熱処理炉は $T_4^{\circ}\text{C}$ （ $500^{\circ}\text{C} \sim 700^{\circ}\text{C}$ ）に維持されており、次の昇温工程を行う前に、挿入されたウェーハは $T_4^{\circ}\text{C}$ において所定時間（ t_1 時間）、好ましくは 15 分以上保持される（昇温前保持工程：ステップ 204）。

- 20 次に、図 2 によく示されているように、炉内温度を $T_4^{\circ}\text{C}$ から $1000^{\circ}\text{C} \sim 1230^{\circ}\text{C}$ の間に設定された $T_5^{\circ}\text{C}$ まで $5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下の昇温速度 $R^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で昇温する（昇温工程：ステップ 206）。この昇温工程（ステップ 206）において、高密度の Grown-in 析出核を消滅させずに効率的に成長させることができる。

- 25 デバイスプロセスの汚染の程度に合わせて酸素析出物の密度を変えた場合は、たとえば、 $T_5^{\circ}\text{C}$ を約 1100°C とし、昇温速度 $R^{\circ}\text{C}/\text{分}$ を約 $3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ に固定して、 $T_4^{\circ}\text{C}$ を変えることにより密度を容易に変える

ことができる。

次に、 $T_5^{\circ}\text{C}$ において所定時間 (t_2 時間) 保持する (昇温後保持工程: ステップ 208)。ここで、保持時間を約 30 分以上とするのが好適である。この昇温後保持工程 (ステップ 208) において、その前の
5 昇温工程 (ステップ 206) で成長したバルク中の微小な酸素析出物を所望のサイズである直径 30 nm ~ 40 nm 程度、好ましくは約 50 nm 以上のサイズを有する酸素析出物に成長させると同時に、表面近傍の酸素を外方拡散させることにより酸素析出核を消滅させ、酸素析出物のない DZ 層を形成することができる。

- 10 このように $T_5^{\circ}\text{C}$ での昇温後保持工程 (ステップ 208) は昇温工程 (ステップ 206) で成長したバルク中の酸素析出物をさらに成長させること、および表面近傍の酸素の外方拡散を目的としている。従って、その目的が達成できるのであれば、一定温度に保持することだけに限らず、若干の温度変化 (昇温、降温等) を伴う工程に変形することも可能
15 である。さらに、昇温後保持工程 (ステップ 208) における $T_5^{\circ}\text{C}$ 及び保持時間 t_2 を変えることにより、酸素析出物のサイズを容易に変えることができる。

- 上記熱処理後、例えば、熱処理炉内温度を $T_5^{\circ}\text{C}$ から 700°C まで $2^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で降温した (降温工程: ステップ 210) 後、ウェーハを熱処
20 理炉外に取り出す (ステップ 212)。なお、上記降温速度及び降温後到達温度については特別の限定はない。

- 上記熱処理の雰囲気は問わない。例えば、酸素雰囲気、酸素と窒素の混合雰囲気、アルゴン雰囲気、水素雰囲気などがある。アルゴンや水素の非酸化性雰囲気の場合は、ウェーハ表面に酸化膜が形成されないので、
25 酸化性雰囲気の場合と比べると酸素の外方拡散が促進され、より好ましい場合がある。

本発明の熱処理方法の効果を十分に得るためには、熱処理されるシリコンウェーハの酸素濃度が約 14～17 ppm a であることが望ましい。酸素濃度が高ければ析出物密度が高くなり、より優れた I G 能力を付加することができる。また、酸素濃度が高いほど析出物の成長速度が速くなるので、全体の工程時間が短くなる。

図 3 は本発明のアニールウェーハの製造方法の第 2 の態様の工程順の一例を示すフローチャート及び図 4 は図 3 の工程順の要部を模式的に示す説明図である。本発明のアニールウェーハの製造方法の第 2 の態様は、図 3 及び図 4 に示したように、シリコン単結晶の育成工程で形成された Grown-in 析出核を成長させる昇温工程 A₁ (ステップ 304) と、より高温の保持温度まで効率的に昇温する昇温工程 B₁ (ステップ 306) と、前記 Grown-in 析出核をゲッタリング能力を有するサイズ以上の酸素析出物に成長させるとともに、前記シリコンウェーハ表面近傍の酸素を外方拡散させる等温保持工程 C₁ (ステップ 308) の 3 つの工程を必須の工程とするものである。なお、図 3 及び図 4 には好ましい例として、昇温工程 A₁ (ステップ 304) と昇温工程 B₁ (ステップ 306) と等温保持工程 C₁ (ステップ 308) を連続して行う場合が示されている。

図 3 に示したように、まず熱処理を施す対象となる Grown-in 析出核を有するウェーハを準備する (ステップ 300)。このウェーハとしては、前述した本発明のアニールウェーハの製造方法の第 1 の態様において用いられるシリコンウェーハが同様に用いられる。そのウェーハを T₆°C に保持されている熱処理炉内に挿入する (ステップ 302)。ここで、T₆°C を 700°C 以下とするのが好ましい。

次に、図 4 に良く示されているように、炉内温度を T₆°C から T₇°C まで R₃°C/分の速度で昇温する (昇温工程 A₁: ステップ 304)。ここ

で、 $T_7^{\circ}\text{C}$ を $800^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ とし、 $R_3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ を $3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下とするのが好ましい。また、昇温工程 A_1 （ステップ304）の $T_6^{\circ}\text{C}$ から $T_7^{\circ}\text{C}$ まで昇温する前に、 $T_6^{\circ}\text{C}$ における保持時間 t_3 は0分でも構わないが、30分以上とすることがより好ましい。この昇温工程 A_1 （ステップ304）において、高密度の Grown-in 析出核を消滅させずに効率的に成長させることができる。

次に、熱処理炉内温度を $T_7^{\circ}\text{C}$ から $T_8^{\circ}\text{C}$ まで $R_4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の速度で昇温する（昇温工程 B_1 ：ステップ306）。ここで、 $T_8^{\circ}\text{C}$ を $1050^{\circ}\text{C}\sim 1230^{\circ}\text{C}$ とし、 $R_4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ を $5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上とするのが好ましい。この昇温工程 B_1 （ステップ306）において、より高温の保持温度まで短時間で昇温させることにより、必要以上に析出物が成長することを避けて表面近傍の析出物を消滅しやすくさせることができる。

次に、 $T_8^{\circ}\text{C}$ において t_4 時間保持する（等温保持工程 C_1 ：ステップ308）。ここで、 $T_8^{\circ}\text{C}$ を $1050^{\circ}\text{C}\sim 1230^{\circ}\text{C}$ とし、 t_4 時間を約30分以上とするのが好適である。この等温保持工程 C_1 （ステップ308）において、その前の昇温工程（ステップ304及び306）で成長したバルク中の微小な酸素析出物を所望のサイズである直径約40nm以上、好ましくは約50nm以上のサイズを有する酸素析出物に成長させると同時に、表面近傍の酸素を外方拡散させることにより酸素析出物を消滅させ、酸素析出物のないDZ層を形成することができる。

この場合、表面近傍の酸素析出物をより完全に消滅させることができるので、極めて高品質のDZ層を効率的に得ることができる。

このように $T_8^{\circ}\text{C}$ での等温保持工程 C_1 （ステップ308）は昇温工程（ステップ304及び306）で成長したバルク中の酸素析出物をさらに成長させること、及び表面近傍の酸素の外方拡散を目的としている。従って、その目的が達成できるのであれば、一定温度に保持することだ

けに限らず、若干の温度変化（昇温、降温等）を伴う工程に変形することとも可能である。さらに、等温保持工程 C_1 （ステップ 308）における $T_8^{\circ}\text{C}$ 及び保持時間 t_4 を変えることにより、酸素析出物のサイズや DZ 幅を容易に変えることができる。

- 5 上記熱処理後、例えば、熱処理炉内温度を T_8 から 700°C まで 3°C / 分で降温した（降温工程 D_1 ：ステップ 310）後、ウェーハを熱処理炉外に取り出す（ステップ 312）。なお、上記降温速度及び降温後到達温度については特別の限定はない。

- 10 上記熱処理の雰囲気は問わない。例えば、酸素雰囲気、酸素と窒素の混合雰囲気、アルゴン雰囲気、水素雰囲気などがある。アルゴンや水素の非酸化性雰囲気の場合は、ウェーハ表面に酸化膜が形成されないの、酸化性雰囲気の場合と比べると酸素の外方拡散が促進され、より好ましい場合がある。

- 15 本発明のアニールウェーハの製造方法の第 2 の態様の効果を十分に得るためには、熱処理されるシリコンウェーハの酸素濃度が約 14 ppm a ~ 17 ppm a であることが望ましい。酸素濃度が高ければ析出物密度が高くなり、より優れた IG 能力を付加することができるが、酸素濃度が高すぎると表面近傍の析出物が消滅しにくくなってしまう。また、酸素濃度が低くなるとシリコン単結晶の育成工程で形成される Grown-in
20 in 析出核の密度が低くなり、析出物の密度が低くなってしまう。但し、酸素濃度が低い場合でも、たとえば昇温工程 A_1 の昇温開始温度 $T_6^{\circ}\text{C}$ を低くしたり、 $R_3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ を低速にすることにより、本発明のアニールウェーハの製造方法の第 2 の態様の効果が得られる。

実施例

- 25 以下に実施例をあげて本発明をさらに具体的に説明するが、これらの実施例は例示的に示されるもので限定的に解釈されるべきでないことは

いうまでもない。

(実施例1)

チョクラルスキー法により、図10（特開2002-201093号
公報）の（ $N_v - D_n$ ）+ N_i の領域（引上げ中のシリコン単結晶の成長
5 速度を漸減した場合、OSFリング消滅後に残存するCuデポジション
により検出される欠陥領域（ D_n ）が消滅する境界の成長速度と、さら
に成長速度を漸減した場合に格子間転移ループが発生する境界（N領域
とI領域との境界）の成長速度との間の成長速度に制御した条件）で引
上げることににより、ボイドの発生を抑制した条件で引上げられたシリコ
ン単結晶から作製された鏡面研磨シリコンウェーハを準備した。
10

結晶育成の際、窒素は添加しなかった。直径は8インチ、結晶方位は
<100>、抵抗率は約 $10\ \Omega \cdot \text{cm}$ （ボロン添加）である。酸素濃度
の異なる2種類のウェーハを準備し、その酸素濃度は約15及び17 p
p m a（JEIDAスケール）である。尚、JEIDAは日本電子工業
15 振興協会（現在は、JETA：日本電子情報技術産業協会に改称され
た。）の略称である。そのウェーハをCuデポジションにより評価した
ところ、欠陥は検出されなかった。

次に、そのウェーハに対して、アルゴン雰囲気下で熱処理を施した。
すなわち、ウェーハを700℃の熱処理炉内に挿入し、30分間保持し
20 た後、900℃まで3℃/分の速度で昇温し、さらに1150℃まで
5℃/分の速度で昇温し、1150℃で4時間保持した。保持後は、熱
処理炉内温度を700℃まで3℃/分の速度で降温してウェーハを熱処
理炉外に取り出した。

熱処理後のウェーハ（アニールウェーハ）において、機械的化学的研
25 磨により表面から約3～13 μm の深さまで研磨加工し、それぞれの深
さにおける酸化膜耐圧特性〔TZDB（Time Zero Dielectric

Breakdown) 良品率] を測定した。T Z D B 良品率の測定にあたっては、ウェーハ表面に膜厚約 25 nm の熱酸化膜を形成し、その上にリン添加ポリシリコン電極 (電極面積: 8 mm²) を作製した。そして、判定電流値を 1 mA / cm² として、絶縁破壊電界が 8 MV / cm 以上のものを良品として、ウェーハ面内 100 点を測定することにより、良品率を算出した。その結果を図 7 に示した。

図 7 からわかるように、何れの酸素濃度の場合も、少なくとも深さ約 5 μm までの良品率はほぼ 100% に近く、深さ約 6 ~ 7 μm までの領域においても 95% 以上であった。

さらに、熱処理後のウェーハにおいて、他の熱処理を追加することなくウェーハ内部の酸素析出物密度を赤外散乱トモグラフィ法により測定した。この赤外散乱トモグラフィ法によれば、直径 40 nm 以上のサイズを有する酸素析出物を検出することができる。その結果、酸素濃度が約 15 ppm a の場合で約 5×10^9 / cm³、約 17 ppm a の場合で約 9×10^9 / cm³ となり、デバイスプロセスを経なくても高密度の酸素析出物が検出されることがわかった。

(実施例 2)

実施例 1 と同一条件で作製されたシリコン鏡面ウェーハに対し、アルゴン雰囲気下において次の熱処理を施した。すなわち、700℃で1時間保持し、ついで900℃まで3℃/分の速度で昇温し、900℃から1200℃まで5℃/分の速度で昇温し、1200℃で1時間保持した。保持後は、熱処理炉内温度を700℃まで3℃/分の速度で降温してウェーハを熱処理炉外に取り出した。

熱処理後のウェーハ (アニールウェーハ) に対して、実施例 1 と同一条件で T Z D B の良品率および酸素析出物密度を測定した。その結果、何れの酸素濃度の場合も実施例 1 同様に、少なくとも深さ約 5 μm まで

の良品率はほぼ100%に近く、深さ約6~7 μ mまでの領域においても95%以上であった。また、酸素析出物密度についても、酸素濃度が約15ppmaの場合で約 $4 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 、約17ppmaの場合で約 $8 \times 10^9 / \text{cm}^3$ となり、デバイスプロセスを経なくても高密度の酸素析出物が検出されることがわかった。

(比較例1)

実施例1の場合よりも僅かに速い速度で引上げられたシリコン単結晶から作製された鏡面研磨シリコンウェーハを準備した。結晶育成の際、窒素は添加しなかった。直径は8インチ、面方位は<100>、抵抗率は約 $10 \Omega \cdot \text{cm}$ (ボロン添加) である。酸素濃度は約15ppmaである。そのウェーハをCuデポジションにより評価したところ、欠陥が検出された。

次に、そのウェーハに対して、実施例1と同じ条件で熱処理を施し、同じ評価を行った。図8にTZDB良品率を示した。この結果から、深さ約6 μ mまでの良品率は約90%以上であり高いレベルではあるが、実施例1の場合(図7)と比較すると、劣っていることがわかる。ウェーハ内部の酸素析出物密度は約 $5 \times 10^9 / \text{cm}^3$ であり、実施例1の場合と同レベルであった。

以上のように、Cuデポジションにより検出される欠陥領域が存在しないシリコンウェーハに熱処理を施した場合には、ウェーハ表面から少なくとも深さ5 μ mまでの領域における酸化膜耐圧特性の良品率が95%以上であり、且つ、デバイスプロセス投入前の段階で、ウェーハ内部において検出される欠陥密度が $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以上となる。すなわち、優れた酸化膜耐圧特性を有するウェーハ表層と、優れたゲッタリング能力を有するバルク層を兼ね備えたアニールウェーハとなる。

産業上の利用可能性

以上述べたごとく、本発明によれば、デバイス作製領域であるウェーハ表層の酸化膜耐圧特性が優れており、且つ、バルク層にデバイスプロセス投入前の段階で酸素析出物が高密度に存在し、優れた I G 能力を有するアニールウェーハ及びその製造方法を提供することができる。

請 求 の 範 囲

1. チョクラルスキー法により育成されたシリコン単結晶から製造されたシリコンウェーハに熱処理を施したアニールウェーハであって、ウェーハ表面から少なくとも深さ $5\ \mu\text{m}$ までの領域における酸化膜耐圧特性の良品率が 95% 以上であり、且つ、デバイスプロセス投入前の段階で、ウェーハ内部において検出されるゲッターリング能力を有するサイズ以上の酸素析出物の密度が $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以上であることを特徴とするアニールウェーハ。
- 10 2. 前記シリコンウェーハは、前記シリコン単結晶を育成する際に、ウェーハ全面が熱酸化処理をした際にリング状に発生するOSFの外側のN領域であってCuデポジションにより検出される欠陥領域が存在しない条件で育成されたシリコン単結晶から製造されたものであることを特徴とする請求項1に記載されたアニールウェーハ。
- 15 3. 前記シリコンウェーハは、前記シリコン単結晶を育成する際に、窒素を添加せずに育成されたシリコン単結晶から製造されたものであることを特徴とする請求項1又は2に記載されたアニールウェーハ。
4. チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成する場合において、引上げ中のシリコン単結晶の成長速度を漸減した場合、OSFリング消滅後に残存するCuデポジションにより検出される欠陥領域が消滅する境界の成長速度と、さらに成長速度を漸減した場合に格子間型転移ループが発生する境界の成長速度との間の成長速度に制御して結晶を育成することによって得られたシリコン単結晶をシリコンウェーハに加工し、該シリコン単結晶の育成工程で形成されたGrown-in析出核を有するシリコンウェーハに対し、 $500^\circ\text{C} \sim 700^\circ\text{C}$ の範囲内の温度 $T_4^\circ\text{C}$ で所定時間 t_1 保持し、ついで $5^\circ\text{C}/\text{分}$ 以下の昇温速度で $1000^\circ\text{C} \sim 12$
- 20
- 25

30℃の範囲内の温度 T_5 ℃まで昇温し、この温度 T_5 ℃で所定時間 t_2 保持することにより、前記 Grown-in 析出核を、ゲッタリング能力を有するサイズ以上の酸素析出物に成長させるとともに、前記シリコンウェーハ表面近傍の酸素を外方拡散させることを特徴とするアニールウェーハの製造方法。

5 5. 前記 T_4 ℃での保持時間 t_1 が15分以上であることを特徴とする請求項4に記載されたアニールウェーハの製造方法。

6. 前記 T_5 ℃での保持時間 t_2 が30分以上であることを特徴とする請求項4又は5に記載されたアニールウェーハの製造方法。

10 7. チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成する場合において、引上げ中のシリコン単結晶の成長速度を漸減した場合、OSFリング消滅後に残存するCuデポジションにより検出される欠陥領域が消滅する境界の成長速度と、さらに成長速度を漸減した場合に格子間型転移ループが発生する境界の成長速度との間の成長速度に制御して結晶を育成することによって得られたシリコン単結晶をシリコンウェーハに加工し、
15 該シリコン単結晶の育成工程で形成された Grown-in 析出核を有するシリコンウェーハにゲッタリング能力を付加するため当該シリコンウェーハに熱処理を施すアニールウェーハの製造方法であって、前記 Grown-in 析出核を成長させる昇温工程 A_1 と、より高温の保持温度まで昇温する昇温工程 B_1 と、前記 Grown-in 析出核をゲッタリング能力を有する
20 サイズ以上の酸素析出物に成長させるとともに、前記シリコンウェーハ表面近傍の酸素を外方拡散させる等温保持工程 C_1 の少なくとも3つの工程を有することを特徴とするアニールウェーハの製造方法。

8. 前記昇温工程 A_1 と昇温工程 B_1 と等温保持工程 C_1 を連続して行うことを特徴とする請求項7記載のアニールウェーハの製造方法。

9. 前記昇温工程 A_1 は T_6 ℃から T_7 ℃まで R_3 ℃/分の速度で昇温する工

程であって、 $T_6^{\circ}\text{C}$ が 700°C 以下であり、 $T_7^{\circ}\text{C}$ が $800^{\circ}\text{C} \sim 1000^{\circ}\text{C}$ であり、 $R_3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ が $3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下であることを特徴とする請求項7又は8に記載されたアニールウェーハの製造方法。

10. 前記昇温工程 A_1 の $T_6^{\circ}\text{C}$ から $T_7^{\circ}\text{C}$ まで昇温する前に、 $T_6^{\circ}\text{C}$ において30分以上保持することを特徴とする請求項7～9のいずれか1項に記載されたアニールウェーハの製造方法。

11. 前記昇温工程 B_1 は $T_7^{\circ}\text{C}$ から $T_8^{\circ}\text{C}$ まで $R_4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の速度で昇温する工程であって、 $T_7^{\circ}\text{C}$ が $800^{\circ}\text{C} \sim 1000^{\circ}\text{C}$ であり、 $T_8^{\circ}\text{C}$ が $1050^{\circ}\text{C} \sim 1230^{\circ}\text{C}$ であり、 $R_4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ が $5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上であることを特徴とする請求項7～10に記載されたアニールウェーハの製造方法。

1 / 5

図 1

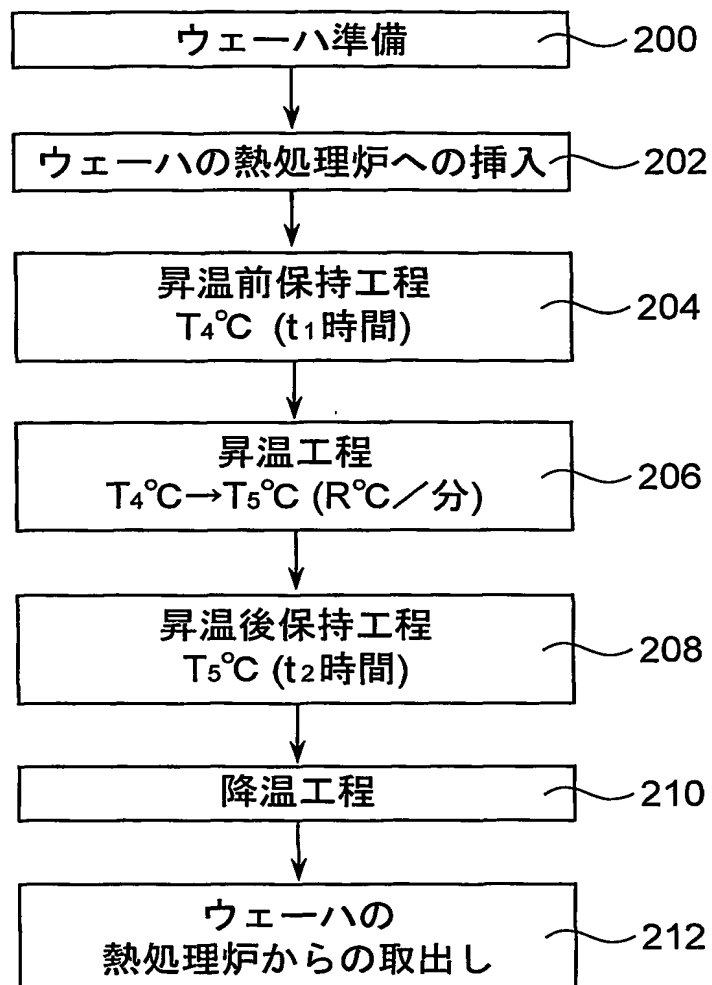


図 2

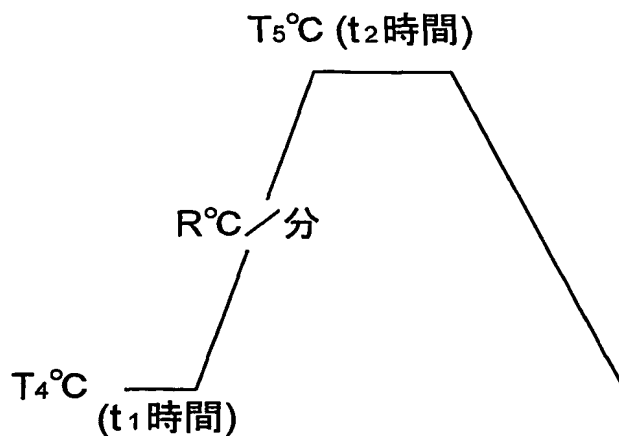


図 3

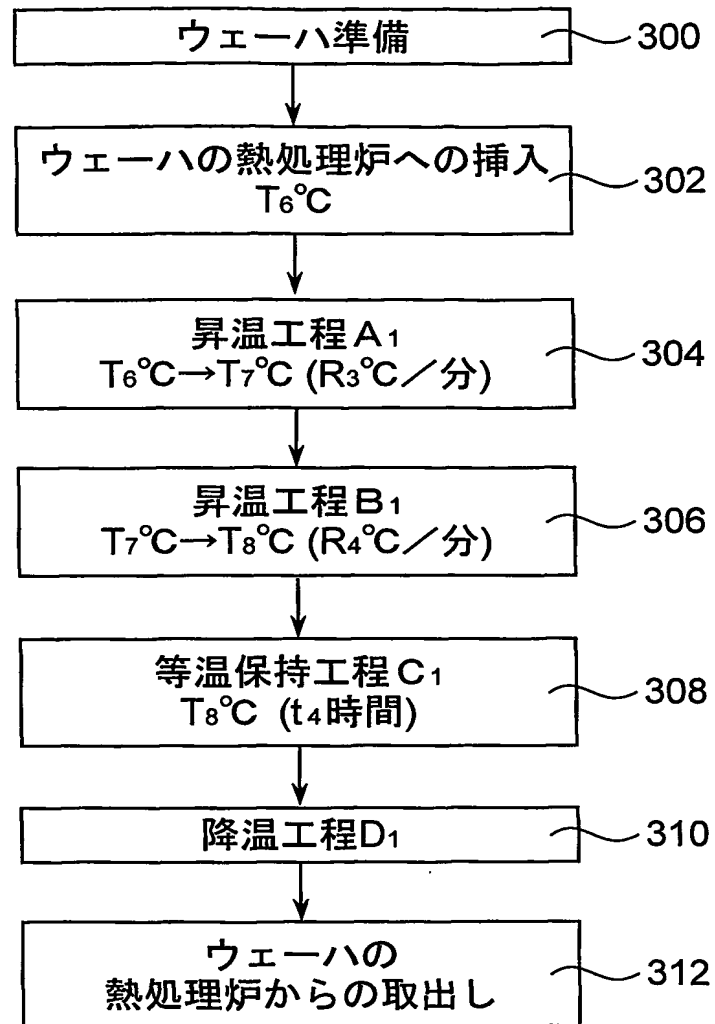
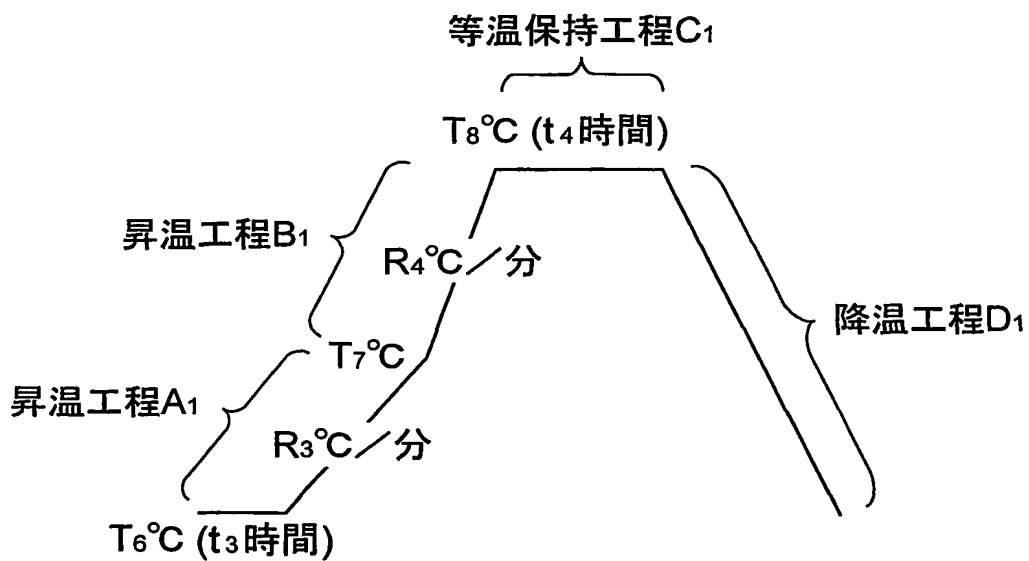


図 4



3 / 5

図 5

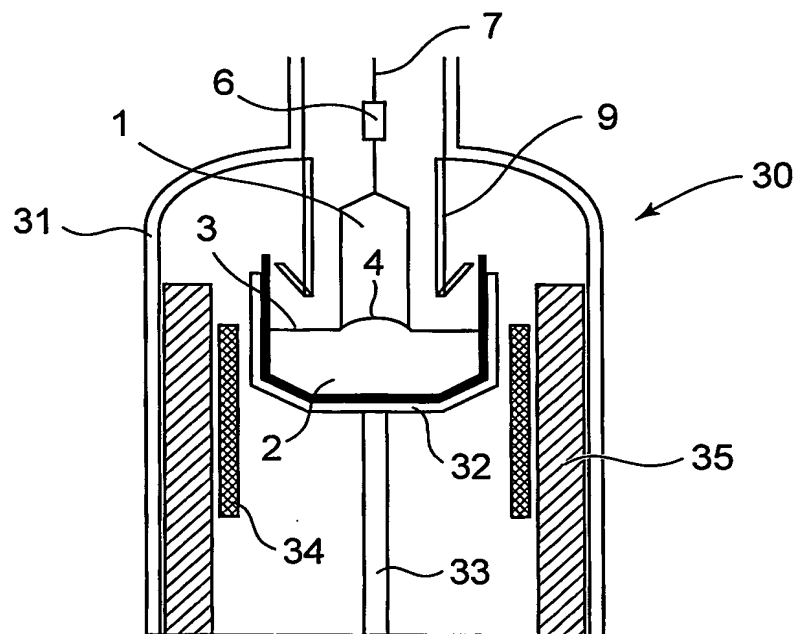
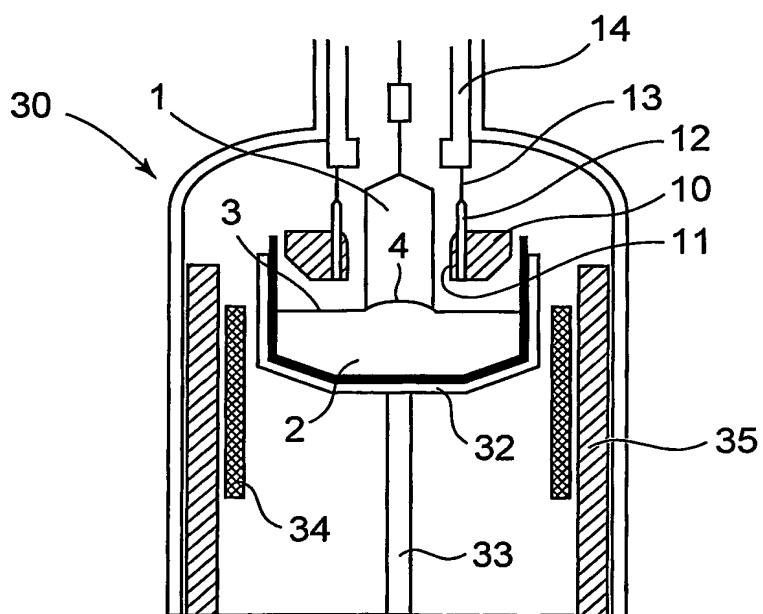


図 6



4 / 5

図 7

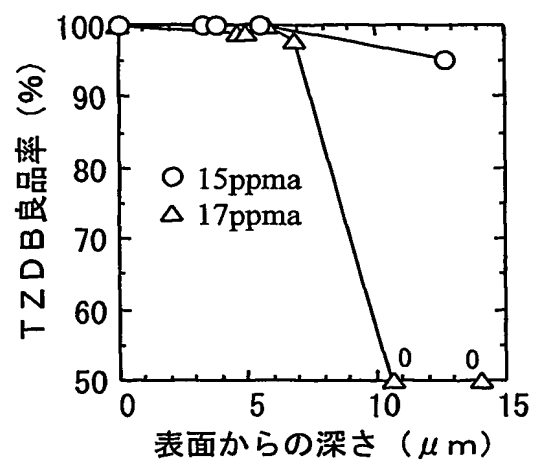


図 8

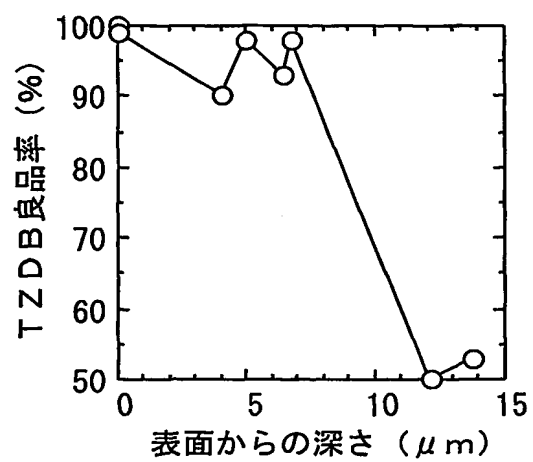


図 9

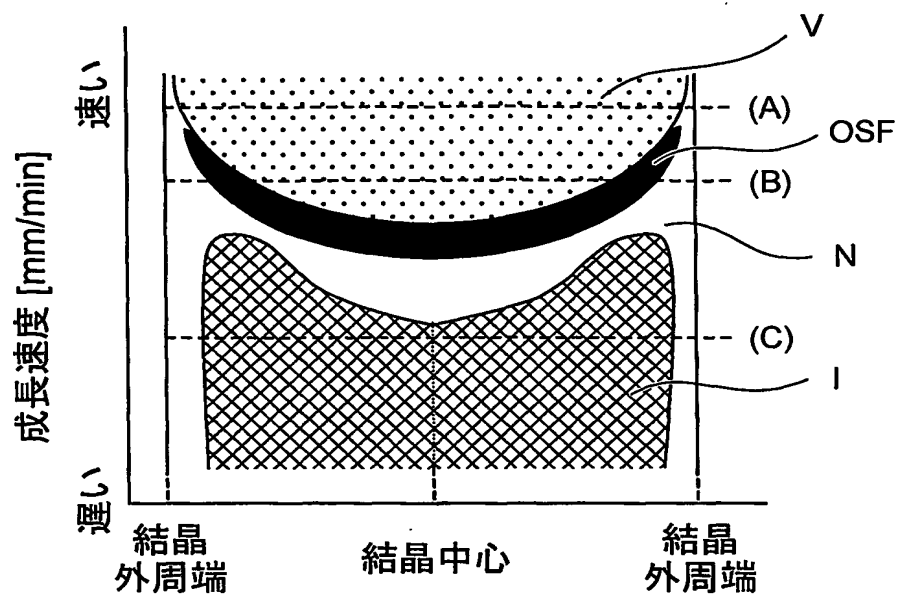
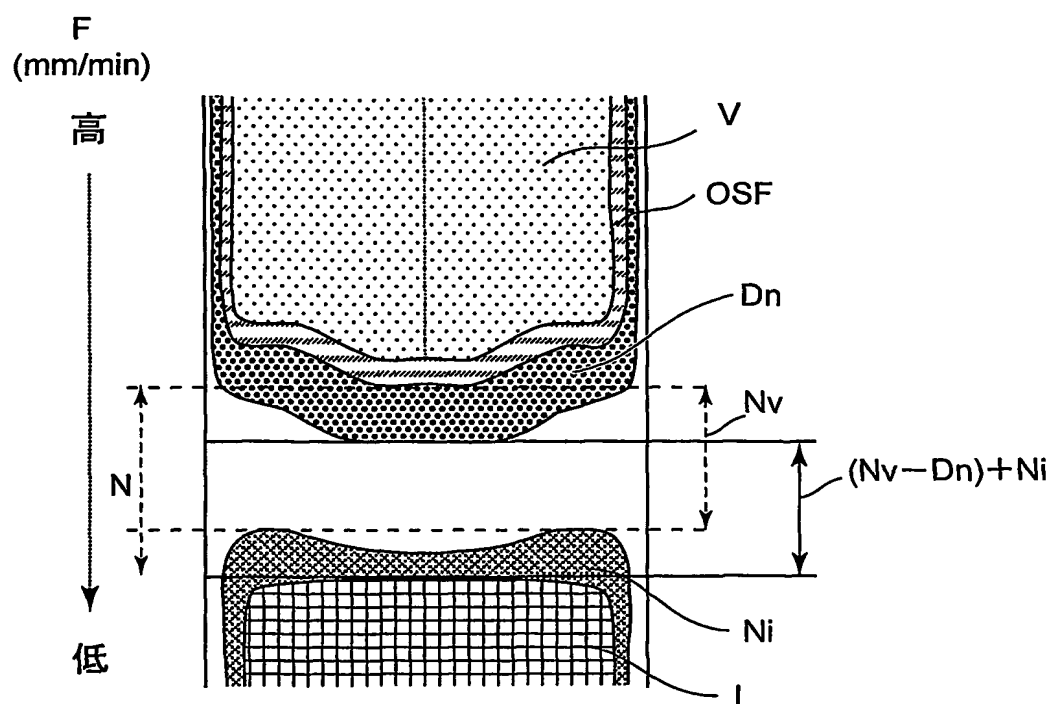


図 10



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

CT/JP03/12396

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ H01L21/322, C30B29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ H01L21/26-21/268, 21/322-21/326, C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2002-201093 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.),	1-3
Y	16 July, 2002 (16.07.02), Full text; Figs. 1 to 7 & US 2003/0116082 A1 & WO 02/53812 A1 & KR 2002081370 A	4-11
Y	JP 2002-134517 A (Mitsubishi Materials Corp.), 10 May, 2002 (10.05.02), Full text; Figs. 1 to 6 (Family: none)	4-11

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
12 December, 2003 (12.12.03)

Date of mailing of the international search report
24 December, 2003 (24.12.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

CT/JP03/12396

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 502471 A2 (FUJITSU LTD.), 09 September, 1992 (09.09.92), Full text; Figs. 1 to 17 & JP 4-276627 A Full text; Figs. 1 to 5 & JP 4-283934 A & JP 5-62984 A & US 5286658 A & KR 9600952 A	4-6
Y	EP 90320 A1 (INTERNATIONAL BUSINESS MACHINES CORP.), 05 October, 1983 (05.10.83), Full text; Figs. 1 to 5 & JP 58-171826 A Full text; Figs. 1 to 5 & US 4437922 A & DE 3370663 D	7-11
A	EP 1035234 A1 (SUMITOMO METAL INDUSTRIES LTD.), 13 September, 2000 (13.09.00), Full text; Figs. 1 to 31 & JP 11-130593 A Full text; Figs. 1 to 11 & JP 11-217296 A & JP 11-236293 A & JP 2000-16897 A & JP 2000-72590 A & KR 2001022332 A & US 6514335 B1 & WO 99/10570 A1	1-11
A	EP 890662 A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.), 13 January, 1999 (13.01.99), Full text; Figs. 1 to 12 & JP 11-79889 A Full text; Figs. 1 to 12 & KR 99013581 A & US 5968264 A & US 6159438 A & US 6364947 B1	1-11

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01L21/322, C30B29/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01L21/26-21/268, 21/322-21/326,
C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2003年
日本国登録実用新案公報	1994-2003年
日本国実用新案登録公報	1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2002-201093 A (信越半導体株式会社)	1-3
Y	2002. 07. 16, 全文, 第1-7図 & US 2003/0116082 A1 & WO 02/53812 A1 & KR 2002081370 A	4-11
Y	JP 2002-134517 A (三菱マテリアルシリコン株式会社) 2002. 05. 10, 全文, 第1-6図 (ファミリーなし)	4-11

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

12. 12. 03

国際調査報告の発送日

24.12.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

萩原 周治

4 L 9835

電話番号 03-3581-1101 内線 3496

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリ*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	EP 502471 A2 (FUJITUS LIMITED) 1992. 09. 09, 全文, 第1-17図 & JP 4-276627 A, 全文, 第1-5図 & JP 4-283934 A & JP 5-62984 A & US 5286658 A & KR 9600952 A	4-6
Y	EP 90320 A1 (INTERNATIONAL BUSINESS MACHINES CORPORATION) 1983. 10. 05, 全文, 第1-5図 & JP 58-171826 A, 全文, 第1-5図 & US 4437922 A & DE 3370663 D	7-11
A	EP 1035234 A1 (SUMITOMO METAL INDUSTRIES LIMITED) 2000. 09. 13, 全文, 第1-31図 & JP 11-130593 A, 全文, 第1-11図 & JP 11-217296 A & JP 11-236293 A & JP 2000-16897 A & JP 2000-72590 A & KR 2001022332 A & US 6514335 B1 & WO 99/10570 A1	1-11
A	EP 890662 A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI COMPANY LIMITED) 1999. 01. 13, 全文, 第1-12図 & JP 11-79889 A, 全文, 第1-12図 & KR 99013581 A & US 5968264 A & US 6159438 A & US 6364947 B1	1-11